⑩ 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

# ⑫公開特許公報(A)

平3-54268

Sint. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

**43公開** 平成3年(1991)3月8日

C 09 D 11/00

11/02

PSZ PTF A B

7038 - 4 J7038 - 4 J7038—4 J

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

❷発明の名称 記録液

> ②特 平1-190210

@出 願 平1(1989)7月21日

明者 個発 淹 本 浩

神奈川県横浜市緑区鴨志田町1000番地 三菱化成株式会社

総合研究所内

@発 明 者 野 雄 神奈川県横浜市緑区鴨志田町1000番地 三菱化成株式会社

総合研究所内

包出 頭 人 三菱化成株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号

四代 理 人 弁理士 長谷川 外1名

咡

I 発明の名称

記錄液

- 2 特許請求の範囲
- (1) 水溶性染料、水性媒体並びに下記一般式

(1)

で示される化合物を含有することを特徴とする記 録液。

3 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、インクジェット記録用及び、筆記用 具用に適した記録液に関する。

(従来の技術)

インクジェット記録方式は、記録時の騒音が少 ないこと、大判のカラー化が容易であること、ま た、ランニングコストが安いという利点を有して おりノンインパクトプリンタとしての市場が確立 されつつある。

インクジェット記録方式では臭気、消防上の危 険性あるいは安全性の面から近時水性インクが主 として使用されている。これらの水性インクには 粘度、表面張力等の物性値が適当であること、ノ ズルを目詰まりさせないこと、保存安定性に優れ ることの他着色画像の濃度が高いこと、耐光性、 耐水性、耐オゾン性に優れていること等の性質が 要求される。

この様な水性インクにおける色材としては液媒 体が水性であることから水溶性染料が使用されて おり、上記の基本的要求のうち耐水性については ほぼ満足されている。

水溶性染料を用いた場合、カーボンブラックあるいは顔料に比べて、本質的に耐光性及び耐オゾン性が劣るため何らかの保護剤が必要となる。このため例えば紫外線吸収剤、酸化防止剤あるいは「Oェクェンチャーを添加することが検討されており、例えば、特開昭 6 2 - 1 0 6 , 9 7 1 号、特開昭 5 9 - 5 3 . 5 6 7 号、特開昭 5 9 - 5 1 . 9 6 1 号、特開昭 5 4 - 6 8 . 3 0 3 号、特開昭 6 4 - 7 5 . 2 8 2 号に開示されている。

しかしながらこれらの記録液は、上記問題点に関し、十分な効果が得られなかったり、あるいは効果が得られてもノズル先端において目詰まりし易くなるといった大きな欠陥を併有している。 (発明が解決しようとする課題)

本発明はとりわけ耐光性、耐オゾン性に優れた 印字を得ることができる記録液の提供を目的とす

料及び酸性染料が挙げられ、例えばC. I. Direct Black-17、-19、-22、-32、-51、-80、-91、-151及び-154、C. I. Direct Blue-86及び-199、C. I. Direct Red-30、C. I. Direct Yellow-86及び-142、C. I. Acid Black-2、-24、-26、-48、-52、-63、-172、-194及び-208、C. I. Acid Bíue-9、-185及び-254、C. I. Acid Red-8、-35、-37及び-257、C. I. Acid Yellow-23及び-49及びC. I. Food Black-2等が挙げられる。

上記水溶性染料の含有量としては記録液全重量に対して 0.2~12%の範囲、好ましくは 2~8%の範囲が挙げられる。

本発明の水性媒体としては、水の他に例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、プチレングリコール、トリエ

るものである。

#### (課題を解決するための手段)

本発明は水溶性染料、水性媒体並びに下記一般式(!)

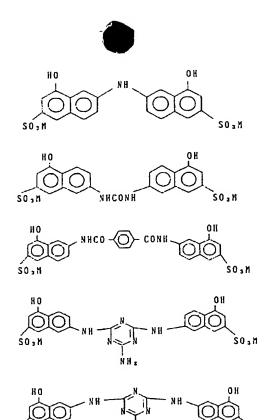
∖を表わし、MはLi、Na、NH。を表わす。♪ で示される化合物を含有する記録液を要旨とする ものである。

本発明に使用する水溶性染料としては、アゾ系、 アントラキノン系及びフタロシアニン系の直接染

チレングリコール、ポリエチレングリコール(#200)、ポリエチレングリコール(#400)、
グリセリン、Nーメチルーピロリドン、Nーエチルーピロリドン、1.3ージメチルーイミダゾリジノン、エチレングリコールモノアリルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル等を含有しているのが好ましく、
水性媒体の含有量としては、記録液全重量に対し、
水性媒体の含有量としては、記録液全重量に対し、

前記一般式(I)の化合物は「理論・製造 染料化学(細田登著 技報堂出版)」の第540頁下から3行目から第542頁第9行の記載及び「新染料化学(細田登著 技報堂出版)」の第441頁下から3行目から第442頁第5行の記載に順じて製造することができる。

このような具体例を以下にまとめて記す。



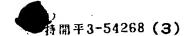
## 〔実施例〕

本発明を以下の実施例で更に詳細に説明するが、 本発明はこれら実施例に限定されるものではない。 実施例 1

| 記録液の組成 使用!                 | 赴(重量%) |
|----------------------------|--------|
| C. I. Direct Black — 1 5 4 | 3      |
| ジェチレングリコール<br>モノブチルエーテル    | 2 5    |
| エチレングリコール                  | 2 2    |
| Na012 201Na                | 6      |
| 水                          | 残 量    |
| 숨 밝                        | 1 0 0  |

上記の各成分を容器の中で充分混合溶解し、孔径1μのテフロンフィルターで加圧濾過したのち、 真空ポンプ及び超音波を用いて脱気処理し記録液 を調製した。

得られた記録液を用いて、インクジェットプリンター (HG-4800、エプソン株式会社製造)



(各式においてMはいずれもLi, Na, NH。 を衷わす。)

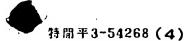
前記の一般式〔1〕で示される化合物は記録液全重量に対して 0.5~10重量%の範囲で使用される。

本発明の記録液のpHは、通常6~8に調整される。

さらに本発明の記録液は記録液全重量に対し0. 5~20重量%の界面活性剤を添加することにより印字後の速乾性及び印字品位を改良することができる。

でインクジェット記録を行ない、下記(a)~(d)の方法に従って、インクジェット記録に関する評価を 行った。

- (a) 記録液の長期保存性:記録液をガラス容器に 密閉し、10℃と60℃で6ヶ月間保存したの ちでも不溶分の析出は認められず、液の物性や 色調にも変化がなかった。
- (b) 吐出安定性:室温、5℃、40℃の雰囲気中でそれぞれ24時間の連続吐出を行なったが、いずれの条件でも終始安定した高品質の記録が行なえた。
- (c) 吐出応答性:2秒毎の間欠吐出と2ヵ月間放 置後の吐出について調べたが、いずれの場合も オリフィス先端での目詰まりがなく安定で均一 に記録された。
- (d) 記録画像の品質:記録された画像は濃度が高く鮮明であった。室内光に3ヵ月さらしたのちの濃度の低下率は1%以下であり、また、キセノンフェードメーター(スガ試験機構製造)により100時間露光後の濃度の低下率は7%と

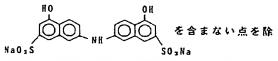


低かった。

又、オゾン1 2 ppm を含有する空気中に 9 0 分間曝露した際の変退色 Δ E \* を前後の色差として J I S Z 8 7 3 0 により求めたところ、その値は 5 と小さいものであった。

## 比較例1

実施例1の記録液中、

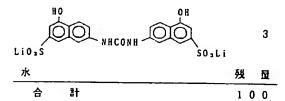


いては同一組成の記録液を作製し、実施例1と同様の評価を行った。

その結果オゾン曝露による変退色ΔE\*が16 と大きいものであった。

#### 実施例2

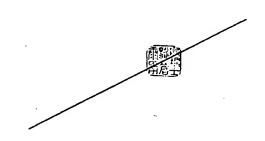
| 使用量 | (單量%) |
|-----|-------|
|     | 3     |
|     | 1 0   |
|     | 1 0   |
|     | 快用量   |



実施例1と同様にして上記組成の記録液を調製し、(a)~(d)の検討を行った結果、いずれも良好な結果を得た。

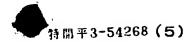
## 実施例3~6

実施例1の方法に従って、下記第1表に記載の 組成から成る記録液を調製し、(a)~(d)の方法に従って、評価を行なった結果、いずれも良好であった。



|   | ゼ         | (使用量(重量%) | 55<br>00<br>00<br>00<br>00<br>00  | ₹               | 张 | 100        | 25.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00<br>50.00 | ĸ | 凝   | 100 |
|---|-----------|-----------|---|-----------------|---|------------|---|---|---|-----|
|   | 記を接続の観    | 改分        | C. 1. Direct Black-154<br>C. 1. Direct Black-19<br>エテレングリコールモノメチルエーデル<br>エテレングリコール 03 | MB.0.25 SO.2HM. | * | <b>†</b> ‡ | C. 1. Direct Blue-199<br>ジエチレングリコールモノブチルエーテル<br>N-メチルーピロリドン   |   | NAU <sub>3</sub> S NH <sub>3</sub> SO <sub>3</sub> Na<br>7k | +*• |
| 1 | <b>本理</b> | 晔         |   | ო               |   |            |   | 4 | 1   |     |

| Story T       |  | -   |
|---------------|--|-----|
| 1             | SOANA  | თ   |
| <b>€</b>      |  | 强   |
|               | \$ #   | 100 |
| C. 1. I       | Direct Black-17  | 40  |
| ジャイン<br>マンション | ジエチレングリコールモノエチルエーテル<br>01 0H   | 9 , |
| <b>ℚ</b><br>— | ON THE TOTAL PROPERTY OF THE P | æ   |
| Li0,S         | Canada Soali   |     |
| *             | C.H.OH   | 及重  |
|               | ₩ \$   | 100 |



## (発明の効果)

本発明の記録液は、インクジェット記録用、華 記用具用等として用いられる。

特に、インクジェット記録に用いた場合記録特性(信号応答性、液滴形成の安定性、吐出安定性、 長時間の連続記録性)、保存安定性、記録画像の 耐光性、耐オゾン性、耐候性、耐水性等いずれも 良好であり、とりわけ、耐光性、耐オゾン性に優れた印字を得ることができ、非常に有用である。

> 出 願 人 三菱化成株式会社 代理 人 弁理士 長谷川 一 (ほか1名)